

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-173673

(43)Date of publication of application : 21.06.2002

(51)Int.Cl. C09K 11/06

H05B 33/10

H05B 33/14

(21)Application number : 2000-370366 (71)Applicant : KEIO GIJUKU

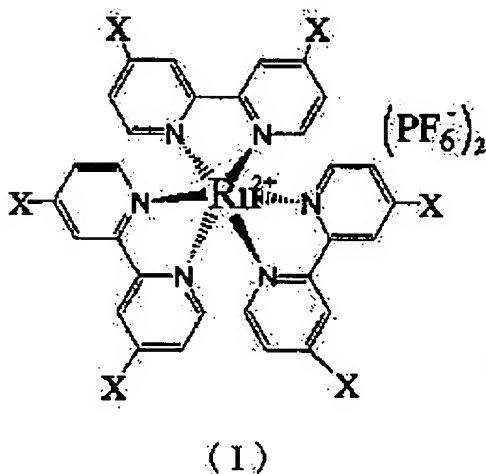
(22)Date of filing : 05.12.2000 (72)Inventor : SHIRATORI TOKIAKI
 YAMAMOTO KIMIHISA
 HIGUCHI MASAYOSHI
 INABA YUKINORI

(54) LUMINESCENT MATERIAL AND ORGANIC EL ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a luminescent material having improved responsiveness and high luminescence intensity and an organic EL element.

SOLUTION: This luminescent material comprises a tris(bipyridyl)ruthenium complex represented by general formula (I) (X is selected from hydrogen, a methyl group, COOH and COONa and at least two of six Xs are a methyl group, COOH or COONa) and an ion-conducting polymer. This organic EL element comprises the



luminescent material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

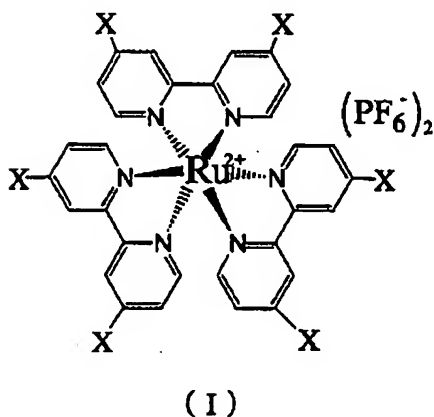
2. **** shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

[Claim(s)]

[Claim 1] Luminescent material which consists of a tris (bipyridyl) ruthenium complex expressed with a general formula (I), and an ion conductive polymer.

[Formula 1]

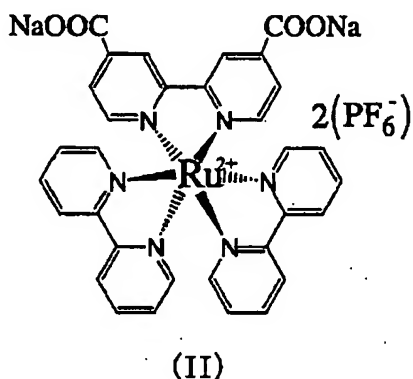


(However, in a general formula (I), X is chosen from hydrogen, a methyl group, -COOH, or -COONa, and at least two of six X are a methyl group, -COOH, or

-COONa.)

[Claim 2] Luminescent material which consists of a tris (bipyridyl) ruthenium complex expressed with a formula (II), and an ion conductive polymer.

[Formula 2]



[Claim 3] Luminescent material according to claim 1 or 2 whose ion conductive polymer is Li salt mixing polyethylene oxide.

[Claim 4] The organic EL device characterized by an organic luminescent-material layer containing a luminescent material according to claim 3 in an anode plate, an organic luminescent-material layer, and the organic EL device that consists of cathode.

[Claim 5] The organic EL device according to claim 4 characterized by manufacturing a luminescent-material layer by the spin coat method.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the organic electroluminescence (EL) component which uses luminescent material and this luminescent material.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, many researches of the EL element used for a display etc. and development are performed, and big-screen[the raise in brightness, full-color-izing, and]-izing is at a quick pace, and is advanced. The many make Alq3 complex (aluminum quinine complex) the subject, and the luminous layer of the organic EL device already put in practical use is produced by the dry process centering on vacuum deposition. However, in order to correspond to large-area-izing of a component, and reduction of a manufacturing cost, ordinary temperature and wet process producible by ordinary pressure are more desirable. Moreover, degradation in atmospheric air is intense and Alq3 complex has a problem in the stability of luminescence.

[0003] As an ingredient which conquers such a fault of Alq3 complex, a ruthenium (II) complex is studied recently and the organic EL device which used the ruthenium (II) complex for luminescent material is reported. This impresses an electrical potential difference to the ruthenium (II) complex inserted into an anode plate and cathode. An electron hole and an electron are poured in from an anode plate and cathode, and the ruthenium (II) complex excited because the ruthenium (III) complex which it was oxidized or returned and was generated, and a ruthenium (I) complex join together generates, respectively. The electrochemical reaction of emitting light in case this excitation ruthenium (II) complex combines with the usual ruthenium (II) complex is used. a ruthenium (II) complex -- production of a component -- a spin coat (spin cast) -- since wet process like law can be used, reduction of a manufacturing cost is also expectable.

[0004] The solid-state mold light emitting device using a ruthenium (II) complex was reported by Murray and others at first (J. Am.Chem.Soc.119 (1997) 3987-3993). Although Murray and others uses the tris (bipyridyl) ruthenium complex which carried out the ester bond of the polyethylene glycol as a ruthenium (II) complex, quantum efficiency was low and production process of a component was also complicated.

[0005] On the other hand, Rubner and others reported the EL element of the easy structure which can do the spin cast (Appl.Phys.Lett.69 (1996) 1689-1690). The ruthenium (II) complex which Rubner and others used is a tris (phenanthroline) complex.

[0006] As mentioned above, although a ruthenium (II) complex has an advantage for ***** which can produce a thin film according to wet process, since a ruthenium (II) complex emits light by the oxidation reduction reaction, it has the delay of a response

peculiar to electrochemical luminescence, and utilization as a light emitting device has been made difficult.

[0007]

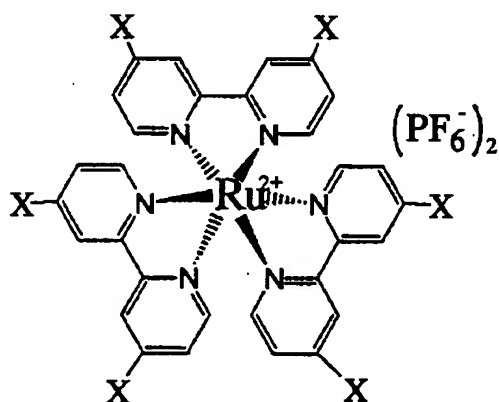
[Problem(s) to be Solved by the Invention] The technical problem of this invention is to improve responsibility and offer [tend to solve these conventional techniques,] luminescent material also with high luminescence reinforcement. Moreover, the technical problem of this invention is to offer the organic EL device with which responsibility has been improved.

[0008]

[Means for Solving the Problem] this invention persons result that a speed of response is improved remarkably in a header and this invention by using for a ruthenium (II) complex combining an ion conductive polymer, as a result of inquiring wholeheartedly, in order to solve the above-mentioned technical problem.

[0009] That is, this invention relates to the luminescent material which consists of a tris (dipiperidyl) ruthenium complex expressed with a general formula (I), and an ion conductive polymer.

[Formula 3]

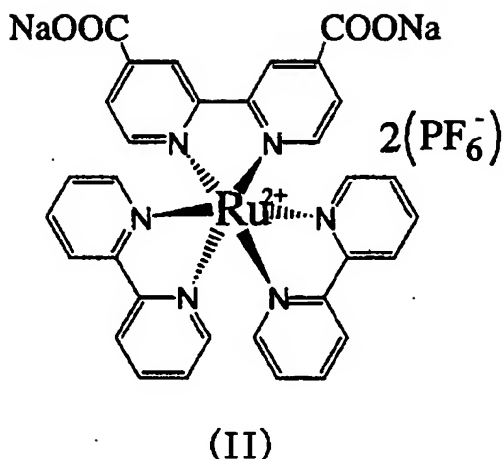


(I)

(However, in a general formula (I), X is chosen from hydrogen, a methyl group, -COOH, or -COONa, and at least two of six X are a methyl group, -COOH, or -COONa.)

[0010] Moreover, this invention relates to the luminescent material which consists of a tris (bipyridyl) ruthenium complex expressed with a formula (II), and an ion conductive polymer.

[Formula 4]



[0011] Furthermore, as for an ion conductive polymer, in this invention, it is desirable that it is the polyethylene oxide containing Li salt. This invention relates to the EL element inserted into an anode plate and cathode by making this luminescent material into a luminous layer further again. The luminous layer in this invention can be formed with a spin coat method.

[0012]

[Embodiment of the Invention] Below, this invention is explained at a detail. The luminescence principle of a ruthenium (II) complex emits light, in case the ruthenium (II) complex excited because the ruthenium (III) complex which the electron hole and the electron were poured in, and it was oxidized and returned, respectively, and was generated from an anode plate and cathode to the ruthenium (II) complex inserted into an anode plate and cathode, and a ruthenium (I) complex join together generates and it combines with the usual ruthenium (II) complex. The electrochemical reaction which occurs on the occasion of the luminescence was shown in drawing 1 . The carrier with which the carrier equivalent to an electron is Ru^{1+} and with which it is equivalent to an electron hole is Ru^{3+} , and migration of a carrier is the electronic hopping by electrochemical reaction.

[0013] In this invention, the tris (bipyridyl) ruthenium complex expressed with a general formula (I) and the tris (bipyridyl) ruthenium complex ($Ru^{2+} (bpyCOONa) (bpy)$) preferably expressed with a formula (II) are used as a ruthenium (II) complex.

[0014] The ion conductive polymers in this invention are the polymeric materials which gave conductivity by introducing the ionicity matter into a macromolecule. For example, the water soluble polymer which dissolved Li salt is desirable, and polyethylene oxide, polypropylene oxide, polyethylene succinate, Poly beta propiolactone, and polyethyleneimine are mentioned as a water soluble polymer used. The polyethylene oxide which dissolved Li salt is the most desirable.

[0015] When the tris (bipyridyl) ruthenium complex ($\text{Ru}_2(\text{bpyCOONa})(\text{bpy})$) of a formula (II) was compounded, it specifically mixed with the polyethylene oxide containing Li salt and the luminescence speed of response was measured, it was farther [than the speed of response of a tris (bipyridyl) ruthenium complex ($\text{Ru}_3(\text{bpy})$)] quick. It is surmised by combining an ion conductive polymer with a ruthenium (II) complex that a speed of response becomes quick notably for a current becoming easy to flow to the whole thin film when an ion conductive polymer is added. If a current becomes easy to flow to the whole thin film, an electron and an electron hole will become that it is easy to be poured into Ru complex, and it will be thought that it becomes easy to start the oxidation reduction reaction of Ru complex, and the response characteristic of a component improved.

[0016] Although the example of this invention is indicated below, this invention is not limited to it.

[Example 1] The tris (bipyridyl) ruthenium complex ($\text{Ru}(\text{bpy})_3 \cdot 2(\text{PF}_6)$) and the tris (bipyridyl) ruthenium complex ($\text{Ru}_2(\text{bpyCOONa})(\text{bpy})$) were prepared. The ruthenium complex was used as water-soluble Ru complex with counter ion PF_6 in order to mix to water-soluble polyethylene oxide and water-soluble homogeneity. A tris (bipyridyl) ruthenium complex ($\text{Ru}(\text{bpy})_3 \cdot 2(\text{PF}_6)$) is a commercial item, and compounded $\text{Ru}(\text{bpy})_2(\text{bpyCOONa})$ as follows.

[0017] 520mg of commercial cis-screw (2 and 2'-bipyridine) dichloro ruthenium hydrates, 2, and 2' -- the - bipyridine -4 and 4' -- 25ml of 3:2 mixed solutions of water and a methanol was put into 300mg of - dicarboxylic acid, and 300mg of sodium carbonates, and it flowed back for 2 hours. Since precipitate generated when a hexa fluorophosphoric acid ammonium 1.3g water solution and 5.67ml of hydrochloric acids of 1 convention were added after that, it filtered, after keeping it in a refrigerator overnight, and the crystal was obtained. One $^1\text{H-NMR}$ analysis of the obtained crystal was carried out.

$^1\text{H-NMR}$ (400MHz, DMSO-d_6 , TMS standard, ppm) δ 9.23 (s, 2H), 8.85 (m, 4H) 8.20 (dd, $J = 8.0, 6.8\text{Hz}$, 2H), 8.19 (dd, $J = 8.0, 6.8\text{Hz}$, 2H) 7.93 (d, $J = 6.0\text{Hz}$, 2H), 7.87 (d, $J = 6.0\text{Hz}$, 2H) 7.75 (d, $J = 5.6\text{Hz}$, 2H), 7.71 (d, $J = 5.6\text{Hz}$, 2H) 7.56 (dd, $J = 8.0, 5.6\text{Hz}$, 2H), From the 7.51(dd, $J = 8.0, 5.6\text{Hz}$, 2H) NMR spectrum, it was identified that the obtained crystal is $\text{Ru}(\text{bpy})_2(\text{bpyCOOH})_2(\text{PF}_6)$. By mixing $\text{Ru}(\text{bpy})_2(\text{bpyCOOH})_2 \cdot 250(\text{PF}_6)$ mg and NaOH 1mg in a water solution, Na was introduced and $\text{Ru}(\text{bpy})_2(\text{bpyCOONa})_2(\text{PF}_6)$ was compounded.

[0018] Polyethylene oxide (PEO) 5.3mg of 50mg of ruthenium complexes and molecular weight 1,000 and 000, LiCF_3SO_3 31mg, and NaOH 1mg were dissolved in 5ml of 1:3 mixed solutions of water and a methanol. The luminous layer was formed on ITO with

the spin coat method using the obtained solution. 1000 rotational frequencies/second performed the spin coat for 20 seconds in a second in 10 seconds and 1500 more times /. Thickness was 200nm. Then, the solvent was made to evaporate by heat treatment and it considered as the luminous layer. Then, about 200nm of Bi(s) was vapor-deposited with the vacuum deposition method, and the component of the structure of an ITO/Ru complex and PEO/Bi was produced. The luminescence property of a component was measured in ordinary temperature and atmospheric air.

[0019] The result of having investigated the difference in the response of a luminescence property to the applied voltage of each EL element is shown in drawing 2 . Responsibility impressed the electrical potential difference of step 4V, and measured time amount change of luminescence reinforcement. ADVANTEST OPTICAL POWER METER TQ8215 was used for measurement of luminescence reinforcement. As shown in drawing 2 , in a tris (bipyridyl) ruthenium complex (Ru(bpy)₃(PF₆)₂) To having carried out for about 120 seconds from electrical-potential-difference impression, and luminescence having begun at last by mixing Li salt and PEO to a tris (bipyridyl) ruthenium complex (Ru₂ (bpyCOONa) (bpy)) Luminescence began in several microseconds and the speed of response comparable as the EL element using the aluminum quinoline complex obtained by the conventional dry process was obtained. By combining from this PEO which contains Li salt in a ruthenium complex showed that the speed of response of a component rose remarkably.

[0020]

[Effect of the Invention] As mentioned above, as explained to the detail, according to this invention, the speed of response of a light emitting device was able to be remarkably gone up by combining an ion conductivity macromolecule in a tris (bipyridyl) ruthenium complex.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is an explanatory view explaining the luminescence principle of the EL element of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing the speed of response of the EL element of this invention and contrast.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-173673

(P2002-173673A)

(43) 公開日 平成14年6月21日 (2002.6.21)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 9 K 11/06

H 0 5 B 33/10

33/14

識別記号

6 6 0

6 9 0

F I

C 0 9 K 11/06

H 0 5 B 33/10

33/14

テマコード* (参考)

6 6 0 3 K 0 0 7

6 9 0

B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願2000-370366 (P2000-370366)

(22) 出願日

平成12年12月5日 (2000.12.5)

特許法第30条第1項適用申請有り 2000年7月3日発行
の日刊工業新聞に掲載

(71) 出願人 899000079

学校法人 慶應義塾

東京都港区三田2丁目15番45号

(72) 発明者 白鳥 世明

神奈川県横浜市港北区日吉三丁目14番1号

慶應義塾大学理工学部内

(72) 発明者 山元 公寿

神奈川県横浜市港北区日吉三丁目14番1号

慶應義塾大学理工学部内

(74) 代理人 100090941

弁理士 藤野 清也 (外2名)

最終頁に続く

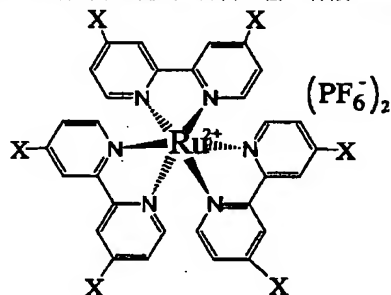
(54) 【発明の名称】 発光材料及び有機EL素子

(57) 【要約】

【課題】 応答性が改善され、かつ、発光強度も高い発光材料及び有機EL素子を提供すること。

【解決手段】 一般式 (I) で表わされるトリス (ピピリジル) ルテニウム錯体とイオン導電性高分子とからなる発光材料、及び該発光材料を含む有機EL素子。

たは-COO Naである。)



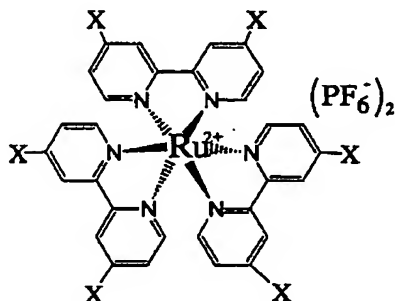
(I)

(ただし、一般式 (I) において、Xは、水素、メチル基、-COOH、または-COO Naから選ばれ、6個のXのうち少なくとも2個がメチル基、-COOH、ま

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(I)で表わされるトリス(ビピリジル)ルテニウム錯体とイオン導電性高分子とからなる発光材料。

【化1】

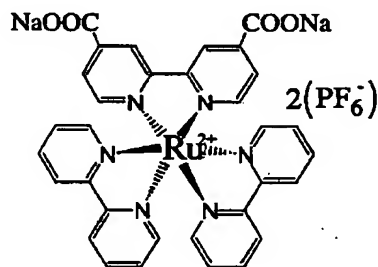


(I)

(ただし、一般式(I)において、Xは、水素、メチル基、 $-\text{COOH}$ 、または $-\text{COONa}$ から選ばれ、6個のXのうち少なくとも2個がメチル基、 $-\text{COOH}$ 、または $-\text{COONa}$ である。)

【請求項2】 式(II)で表わされるトリス(ビピリジル)ルテニウム錯体とイオン導電性高分子とからなる発光材料。

【化2】



(II)

【請求項3】 イオン導電性高分子がLi塩混合ポリエチレンオキサイドである請求項1又は2に記載の発光材料。

【請求項4】 陽極、有機発光材料層、陰極からなる有機EL素子において、有機発光材料層が請求項3記載の発光材料を含むことを特徴とする有機EL素子。

【請求項5】 発光材料層がスピンコート法によって製造されることを特徴とする請求項4記載の有機EL素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発光材料、及び該発光材料を用いる有機エレクトロルミネッセンス(EL)素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、表示装置等に用いるEL素子の研究、開発が多く行われ、その高輝度化、フルカラー化、大画面化が急ピッチで進められている。すでに実用化されている有機EL素子の発光層は、その多くがAlq3錯体(アルミニウム・キノリン錯体)を主体としており、真空蒸着を中心とするドライプロセスで作製されている。しかしながら、素子の大面積化と製造コストの低減に対応するには、常温、常圧で作製できるウェットプロセスがより望ましい。また、Alq3錯体は、大気中での劣化が激しく発光の安定性に問題がある。

【0003】Alq3錯体のこのような欠点を克服する材料として、最近ルテニウム(II)錯体が研究され、ルテニウム(II)錯体を発光材料に用いた有機EL素子が報告されている。これは、陽極と陰極に挟まれたルテニウム(II)錯体に電圧を印加し、陽極及び陰極から正孔及び電子が注入され、それぞれ酸化又は還元されて生成したルテニウム(III)錯体とルテニウム(I)錯体とが結合することで励起したルテニウム(II)錯体が生成し、該励起ルテニウム(II)錯体が通常のルテニウム(II)錯体と結合する際に発光するという電気化学反応を利用するものである。ルテニウム(II)錯体は、素子の作製にスピンコート(スピンキャスト)法のようなウェットプロセスを用いることができるため、製造コストの低減も期待できる。

【0004】ルテニウム(II)錯体を利用した固体型発光素子は、最初Murrayらによって報告された(J. Am. Chem. Soc. 119(1997)3987-3993)。Murrayらは、ルテニウム(II)錯体としてポリエチレングリコールをエステル結合したトリス(ビピリジル)ルテニウム錯体を用いるものであるが、量子効率が低く、また素子の作製プロセスも複雑であった。

【0005】これに対して、Rubnerらは、スピンキャストのできる簡単な構造のEL素子を報告した(Appl. Phys. Lett. 69(1996)1689-1690)。Rubnerらの用いたルテニウム(II)錯体は、トリス(フェナントロリン)錯体である。

【0006】前記のようにルテニウム(II)錯体は、ウェットプロセスにより薄膜を作製することができるという利点を有するものであるが、ルテニウム(II)錯体は、その酸化還元反応により発光するものであるから、電気化学発光特有の応答の遅れがあり、発光素子としての実用化が困難とされてきた。

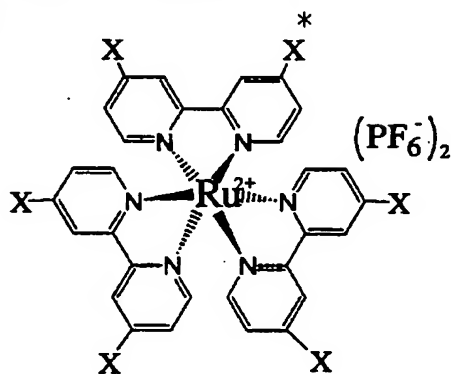
【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、これらの従来技術を解決しようとするものであって、応答性が改善され、かつ、発光強度も高い発光材料を提供することにある。また、本発明の課題は、応答性が改善された有機EL素子を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、ルテニウム(II)錯体にイオン導電性高分子を組み合わせて用いることによって、応答速度が著しく改善されることを見出し、本発明に至ったものである。

*【0009】すなわち、本発明は、一般式(1)で表わされるトリス(ジピリジル)ルテニウム錯体とイオン導電性高分子とからなる発光材料に関する。
【化3】

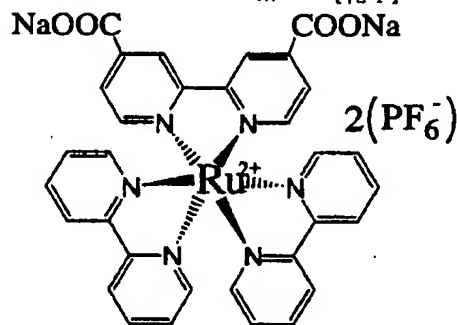


(I)

(ただし、一般式(1)において、Xは、水素、メチル基、-COOH、または-COONaから選ばれ、6個のXのうち少なくとも2個がメチル基、-COOH、または-COONaである。)

*【0010】また、本発明は、式(II)で表わされるトリス(ビピリジル)ルテニウム錯体とイオン導電性高分子とからなる発光材料に関する。

※【化4】



(II)

【0011】さらに、本発明において、イオン導電性高分子は、Li塩を含むポリエチレンオキシドであることが好ましい。さらにまた、本発明は、この発光材料を発光層として陽極と陰極に挟んだEL素子に関するものである。本発明における発光層はスピンコート法で形成することができる。

【0012】

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。ルテニウム(II)錯体の発光原理は、陽極と陰極に挟まれたルテニウム(II)錯体に、陽極及び陰極から正孔及び電子が注入され、それぞれ酸化、還元されて生成したルテニウム(III)錯体とルテニウム(I)錯体とが結合することで励起したルテニウム(II)錯体が生成し、通常のルテニウム(II)錯体と結合する際に発光するというものである。その発光に際して起きる電気化学

反応を図1に示した。電子に相当するキャリアがRu^{II}で、正孔に相当するキャリアがRu^{III}であり、キャリアの移動は、電気化学反応による電子ホッピングである。

【0013】本発明では、ルテニウム(II)錯体として、一般式(1)で表されるトリス(ジピリジル)ルテニウム錯体、好ましくは式(II)で表わされるトリス(ビピリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₂(bpyCOONa))を用いる。

【0014】本発明におけるイオン導電性高分子とは、高分子にイオン性物質を導入することによって導電性を付与した高分子材料である。例えば、Li塩を溶解した水溶性高分子が好ましく、用いられる水溶性高分子としてはポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、ポリエチレンサクシネート、ポリ-β-プロピオラクトン、ポリエチレンイミンが挙げられる。最も好ましいの

は、Li塩を溶解したポリエチレンオキシドである。

【0015】具体的には、式(II)のトリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(bpyCOONa))を合成して、Li塩を含むポリエチレンオキシドと混合して、その発光応答速度を測定したところ、トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃)の応答速度より遥かに速かった。ルテニウム(II)錯体にイオン導電性高分子を組み合わせることにより応答速度が顕著に速くなるのは、イオン導電性高分子が加わることにより、薄膜全体に電流が流れやすくなったためであると推測される。薄膜全体に電流が流れやすくなると、電子と正孔がRu錯体に注入されやすくなり、Ru錯体の酸化還元反応が

こりやすくなって、素子の応答特性が向上したものと考えられる。

【0016】以下に本発明の実施例を記載するが、本発明はそれに限定されるものではない。

【実施例1】トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(PF₆)₃)とトリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(bpyCOONa))を準備した。水溶性のポリエチレンオキシドと均一に混合するために、ルテニウム錯体は対イオンPF₆を持つ水溶性Ru錯体にした。トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(PF₆)₃)は、市販品で、Ru(bpy)₃(bpyCOONa)は、次のようにして合成した。

【0017】市販のシス-ビス(2, 2'-ビビリジン)ジクロロルテニウム水和物520mg、2, 2'-ビビリジン-4, 4'-ジカルボン酸300mg、炭酸ナトリウム300mgに水とメタノールの3:2混合溶液25mlを入れ2時間還流した。その後ヘキサフルオロリン酸アンモニウム1.3gの水溶液と1規定の塩酸を5.67ml添加すると沈殿が生成するので、一晩冷蔵庫で保管した後ろ過して結晶を得た。得られた結晶を¹H-NMR分析した。

¹H-NMR(400MHz, DMSO-d₆, TMS standard, ppm) δ 9.23(s, 2H), 8.85(m, 4H), 8.20(dd, J=8.0, 6.8Hz, 2H), 8.19(dd, J=8.0, 6.8Hz, 2H), 7.93(d, J=6.0Hz, 2H), 7.87(d, J=6.0Hz, 2H), 7.75(d, J=5.6Hz, 2H), 7.71(d, J=5.6Hz, 2H), 7.56(dd, J=8.0, 5.6Hz, 2H), 7.51(dd, J=8.0, 5.6Hz, 2H)

NMRスペクトルから、得られた結晶はRu(bpy)₃(bpyCOOH)(PF₆)₂であると同定された。Ru(bpy)₃(bpyCOOH)(P

F₆)₂ 50mgとNaOH1mgを水溶液中で混ぜることによってNaを導入してRu(bpy)₃(bpyCOONa)(PF₆)₂を合成した。

【0018】ルテニウム錯体50mg、分子量1,000,000のポリエチレンオキシド(PEO)5.3mg、LiCF₃SO₃1mgとNaOH1mgを水とメタノールの1:3混合溶液5mlに溶解した。得られた溶液を用いてスピンコート法によりITO上に発光層を成膜した。スピンコートは、回転数1000回/秒で10秒、さらに1500回/秒で20秒行った。厚さは200nmであった。その後、熱処理により溶媒を気化させて発光層とした。続いて真空蒸着法によりBiを約200nm蒸着し、ITO/Ru錯体・PEO/Biの構造の素子を作製した。素子の発光特性は、常温、大気中で測定した。

【0019】それぞれのEL素子の印加電圧に対する発光特性の応答の違いを調べた結果を図2に示す。応答性はステップ4Vの電圧を印加し、発光強度の時間変化を測定した。発光強度の測定にはADVANTEST OPTICAL POWER METER TQ8215を用いた。図2に示すように、トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(PF₆)₃)では、電圧印加から約120秒してようやく発光が開始していたのに対して、トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体(Ru(bpy)₃(bpyCOONa))にLi塩及びPEOを混合することにより、数μ秒で発光が開始し、従来のドライプロセスで得られていたアルミニウム・キノリン錯体を用いるEL素子と同程度の応答速度が得られた。このことから、ルテニウム錯体にLi塩を含むPEOを組み合わせる事によって、素子の応答速度が著しく上昇することが分かった。

【0020】

【発明の効果】以上、詳細に説明したように、本発明によれば、トリス(ビビリジル)ルテニウム錯体にイオン伝導性高分子を組みあわせることにより、発光素子の応答速度を著しく上昇することができた。

【図面の簡単な説明】

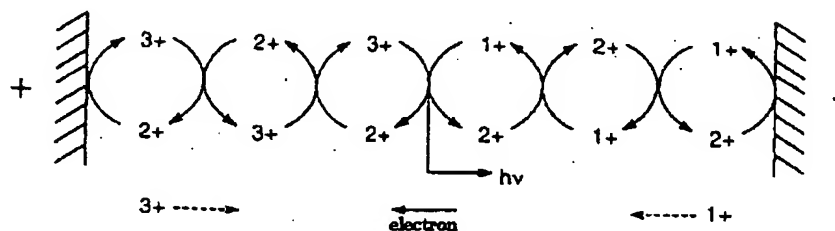
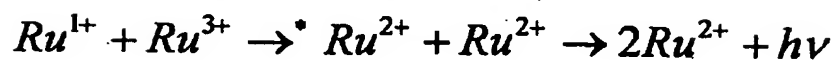
【図1】本発明のEL素子の発光原理を説明する説明図である。

【図2】本発明と対照のEL素子の応答速度を表わす図である。

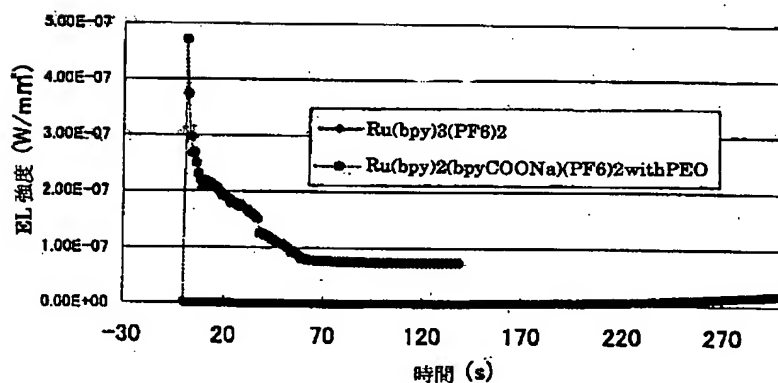
【図1】

Ru 錯体の発光原理

発光に際して起きる電気化学反応



【図2】



Ru(bpy)₃ 及び Ru(bpy)₂(bpyCOONa) を用いた EL 素子の印加電圧に対する発光特性

フロントページの続き

(72)発明者 樋口 昌芳

神奈川県横浜市港北区日吉三丁目14番1号
慶應義塾大学理工学部内

(72)発明者 稲葉 行則

神奈川県横浜市港北区日吉三丁目14番1号
慶應義塾大学理工学部内

Fターム(参考) 3K007 AB00 AB02 DA00 DB03 EB00

FA01

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.